

541539

(19) 世界知的所有権機関  
国際事務局(43) 国際公開日  
2004 年 12 月 2 日 (02.12.2004)

PCT

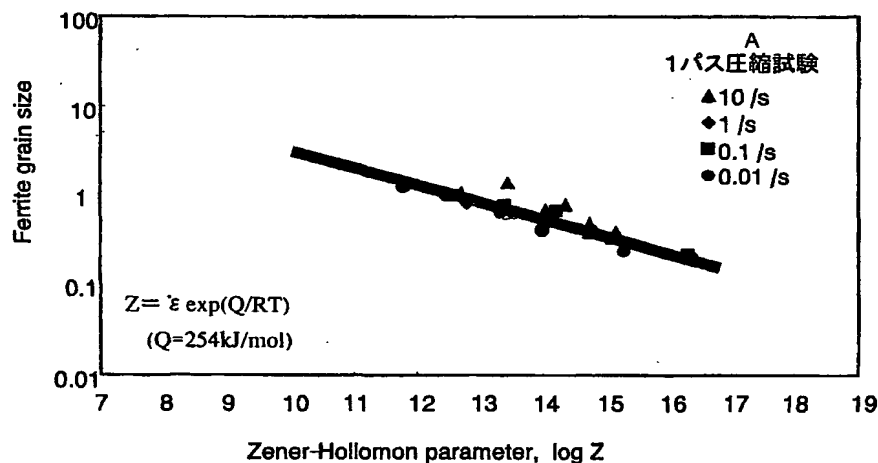
(10) 国際公開番号  
WO 2004/104236 A1

- (51) 国際特許分類<sup>7</sup>: C21D 8/06
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2004/007278
- (22) 国際出願日: 2004 年 5 月 20 日 (20.05.2004)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:  
特願2003-180292 2003 年 5 月 20 日 (20.05.2003) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 独立行政法人物質・材料研究機構 (NATIONAL INSTITUTE FOR MATERIALS SCIENCE) [JP/JP]; 〒305-0047 茨城県つくば市千現 1 丁目 2 番 1 号 Ibaraki (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてののみ): 鳥塚 史郎 (TOR-IZUKA, Shiro) [JP/JP]; 〒305-0047 茨城県つくば市千現 1 丁目 2 番 1 号 独立行政法人物質・材料研究機構内 Ibaraki (JP). 長井 寿 (NAGAI, Kotobu) [JP/JP]; 〒305-0047 茨城県つくば市千現 1 丁目 2 番 1 号 独立行政法人物質・材料研究機構内 Ibaraki (JP).
- (74) 代理人: 西澤 利夫 (NISHIZAWA, Toshio); 〒107-0062 東京都港区南青山 6 丁目 1 1 番 1 号 スリーエフ南青山ビルディング 7 F Tokyo (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU,

[続葉有]

(54) Title: CONTROLLED WARM-ROLLING METHOD

(54) 発明の名称: 温間制御圧延方法



(57) **Abstract:** A controlled warm-rolling method in consideration of heating in working for manufacturing a steel formed mainly of a fine ferrite grain structure of 3  $\mu$ m or smaller in average ferrite grain size. In rolling of one pass or more in the rolling temperature range of 350 to 800°C, the rolling is performed so that the temperature of a material at the start of the rolling in each rolling is not increased to 800°C max. and that the temperatures of the material during the rolling and immediately after the final pass are not lowered to 350°C or below. Also, the rolling is performed so that the temperature Tx-out of the material immediately after the rolling (within one sec) in each rolling is not increased by 100°C or higher than a rolling start temperature Tx-in and that the temperature of the material immediately after the rolling is not lowered by 100°C or more from the temperature of the material immediately before the rolling. By this method, superfine crystal steels of 3 to 1 micron or smaller can be stably manufactured without being restricted by pass-to-pass time and deformation speed.

(57) 要約: 平均フェライト粒径が3 $\mu$ m以下の微細フェライト粒組織を主体とする鋼を製造するための圧延方法であって、圧延温度範囲が350°C-800°Cの温度域で、圧延を行う1パス以上の圧延において、各圧延時の圧延開始時の材料温度が、最高温度で800°Cより高くなり、圧延中および最終パス直後の素材温度が350°C以下にならないように

[続葉有]

WO 2004/104236 A1



ID, IL, IN, IS, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

IT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告書

- (84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE,

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

圧延を行うとともに、各圧延時の圧延直後(1秒以内)の温度 $T_{x-out}$ が圧延入温度 $T_{x-in}$ よりも100℃より高くならず、圧延直後の素材が、圧延直前温度よりも100℃より低くならないように圧延を行い、パス間時間やひずみ速度の制限もなく、3ミクロンから1ミクロン以下の超微細結晶鋼を安定的に製造できる方法として、加工発熱を考慮した、新しい温間制御圧延方法とする。

## 明 細 書

### 温間制御圧延方法

#### 技術分野

この出願の発明は、温間制御圧延方法に関するものである。さらに詳しくは、この出願の発明は、粒径  $3\ \mu\text{m}$  以下の超微細結晶粒組織を有する強度・延性に優れた超微細粒鋼材の製造方法に関するものである。

#### 背景技術

超微細粒鋼は、合金元素を添加せずに、強度を著しく上昇させることができ、同時に、延性・脆性遷移温度も著しく低下させることができると考えられることから、この出願の発明者らは、工業的にこの超微細粒鋼を実現するための方策を検討してきており、すでにこれまでも、温間多パス圧延方法（文献 1）や多方向加工方法（文献 2）を発明してきた。

一方、過去、微細組織鋼の製造方法はいくつも提案されてきているが、結晶粒径を定量的に制御可能とする方法は知られていない。

たとえば、藤岡ら（文献 3）は、 $\text{C} : 0.03 \sim 0.45\ \text{wt}\%$ 、 $\text{Si} : 0.01 \sim 0.50\%$ 、 $\text{Mn} : 0.02 \sim 5.0\%$ 、 $\text{Al} : 0.001 \sim 0.1\%$  を含有し、残部が  $\text{Fe}$  および不可避免的不純物からなる鋼片を 1 パスまたはパス間時間を 20 秒以内の連続する 2 パス以上の加工を  $500 \sim 700^\circ\text{C}$  の温度、かつ歪速度  $0.1 \sim 20 / \text{秒}$  とし、総歪量を  $0.8 \sim 5.0$  となるように加工し放冷する高張力鋼の製造方法を提案している。

また、重量%で、 $\text{C} : 0.03 \sim 0.9$ 、 $\text{Si} : 0.01 \sim 1.0$ 、 $\text{Mn} : 0.01 \sim 5.0$ 、 $\text{Al} : 0.001 \sim 0.5$ 、 $\text{N} : 0.001 \sim 0.1$  を含有し、さらに  $\text{Nb} : 0.003 \sim 0.5$ 、 $\text{Ti} : 0.00$

3 ~ 0.5 の 1 種以上を含有し、残部が Fe および不可避免の不純物からなり、かつ、 $C + (12/14)N \geq (12 + 48)Ti + (12/48)Nb + 0.03$  を満たす鋼片を鑄造ままもしくは加熱後、圧延するかもしくは圧延することなくそのまま一度 500℃ ~ 室温まで冷却した後、再び加熱し、700 ~ 550℃ で熱間圧延を行うに際して、1パスの圧下率を 20% 以上として 1パスまたはパス間時間を 10 秒以内とした連続する 2パス以上の加工を歪速度を 1 ~ 200 秒、総歪量を 0.8 ~ 5 となる条件で行った後、放冷する、結晶粒の微細な高張力鋼の製造方法も提案している（文献 4）。

しかしながら、この 2 つのいずれの方法も粒径の制御方法を教示していない。またこれらの方法では、パス間時間に制限があり、ひずみ速度にも制限があり工業的な適用は困難であると考えられる。

このような状況において、発明者らはさらに検討を進め、微細粒組織を形成するためには、多パス圧延における累積ひずみ、加工温度、また、ひずみ速度、パス間時間は個々制御するのでなく、総合的に制御する必要があるとの知見を得た、そして、粒径は、次式（1）で表わされる加工温度とひずみ速度のパラメータ Z に依存し、1パス圧延実験を通じて、Z と粒径の関係を明らかにすることで粒径の新しい制御方法を提案した（先願 1）。

$$Z = \log \left[ \frac{\varepsilon}{t} \exp \left( \frac{Q}{8.31(T + 273)} \right) \right] \quad (1)$$

$\varepsilon$  : ひずみ

t : 圧延開始から終了までの時間 (s)

T : 圧延温度 (℃、多パス圧延の場合は各パスの圧延温度を平均したもの)

Q : 圧延直前の組織がフェライト、ベイナイト、マルテンサイト、パーライトを母相とする場合は 254,000 を、オーステナイトを母相とする場合は 300,000 を用いる。

この方法において、結晶粒径 1 ミクロン以下の超微細フェライト粒鋼を製造するためには、前記の（1）式で表される圧延条件パラメータ Z

が11以上（圧延直前の組織がフェライト、ベイナイト、マルテンサイト、パーライトなど鉄の結晶構造がbccである場合）であること、また、ひずみ速度については、全ひずみ $\varepsilon$ を圧延開始から終了までに時間 $t$ で除した値と定義できることを見出し、その結果、ひずみ $\varepsilon=3.0$ 、総圧延時間 $t=300\text{ s}$ の条件下、すなわち、ひずみ速度 $=0.01/\text{s}$ でも1ミクロン以下の超微細な結晶粒が得られることをこの新しい提案された方法は、広範囲の適用が可能である。

この方法によれば、パス間時間やひずみ速度の制限もなく、粒径の制御が可能になる。

だが、他方で、この出願の発明者らのその後の検討において、現実の圧延は連続多パスであり、前記のパラメータ $Z$ が11以上で行う場合、圧延温度が温間加工温度域（ $350-800^{\circ}\text{C}$ ）にあたり、その場合、鋼の変形抵抗が大きく、素材の加工発熱は大きいことから、連続圧延中に、材料温度が数百度上昇してしまうことがあり、結果的に $Z<11$ となってしまう、1ミクロン微細粒組織は形成できない場合があることが明らかになってきた。

したがって、このような連続多パス圧延においても、粒径を安定して制御できる方法を開発することが強く望まれていた。

文献1：特開2000-309850

文献2：特開2001-240912

文献3：特開平9-279233

文献4：特開平2000-104115

先願1：特願2002-54670

この出願の発明は、上記のと通りの背景からなされたものであって、発明者らの提案に係わる前記のと通りの $Z$ パラメータによる制御を行う新しい方法を連続圧延プロセスに適用することができ、パス間時間やひずみ速度の制限もなく、3ミクロンから1ミクロン以下の超微細結晶鋼を安定的に製造できる方法として、加工発熱を考慮した、新しい制御

圧延方法を提供することを課題としている。

## 発明の開示

この出願の発明は、上記の課題を解決するものとして、第1には、平均フェライト粒径が  $3\ \mu\text{m}$  以下の微細フェライト粒組織を主体とする鋼を製造するための圧延方法であって、次式(1)

$$Z = \log \left[ \frac{\varepsilon}{t} \exp \left( \frac{Q}{8.31(T + 273)} \right) \right] \quad (1)$$

$\varepsilon$  : ひずみ

$t$  : 圧延開始から終了までの時間 (s)

$T$  : 圧延温度 ( $^{\circ}\text{C}$ 、多パス圧延の場合は各パスの圧延温度を平均したもの)

$Q$  : 圧延直前の組織がフェライト、ベイナイト、マルテンサイト、パーライトを母相とする場合は 254, 000 を、オーステナイトを母相とする場合は 300, 000 を用いる。

で表される圧延条件パラメータ  $Z$  が 1 以上 (圧延直前の組織がフェライト、ベイナイト、マルテンサイト、パーライトなど  $\text{Fe}$  の結晶構造が  $\text{bcc}$  である場合) あるいは 20 以上 (圧延直前の組織がオーステナイトで  $\text{Fe}$  の結晶構造が  $\text{fcc}$  である場合) に従う範囲で、圧延温度範囲が  $350^{\circ}\text{C} - 800^{\circ}\text{C}$  の温度域で、圧延を行う 1 パス以上の圧延において、各圧延時の圧延開始時の材料温度が、最高温度で  $800^{\circ}\text{C}$  より高くなり、圧延中および最終パス直後 (1 秒以内) の素材温度が  $350^{\circ}\text{C}$  以下にならないように圧延を行うとともに、各圧延時の圧延直後 (1 秒以内) の温度  $T_{\text{x-out}}$  が圧延入温度  $T_{\text{x-in}}$  よりも  $100^{\circ}\text{C}$  より高くなり、圧延直後 (1 秒以内) の素材が、圧延直前温度よりも  $100^{\circ}\text{C}$  より低くならないように圧延を行うことを特徴とする温間制御圧延方法を提供する。

ここで、式(1)で用いられているひずみは、工業的に簡便なひずみである真ひずみ  $e$  でよい。たとえば、棒鋼の初期面積を  $S_0$ 、圧延後の  $C$  断

面面積を  $S$  とすると、減面率  $R$  は

$$R = (S_0 - S) / S_0 \quad (2)$$

で表される。すると、真ひずみ  $e$

$$e = -\ln(1-R)$$

で表される。また、真ひずみに代わり、有限要素法計算で得られる塑性ひずみを用いてもよい。塑性ひずみの計算については、参考文献（井上ら、鉄と鋼, 68(2000)79 春海佳三郎、他「有限要素法入門」（共立出版（株）：1990年3月15日）に詳しい。

圧延時間  $t$  はパス間時間を含めた総圧延時間でよい。

また、第2には、各圧延時の圧延直後の温度  $T_{x-out}$  が圧延入温度  $T_{x-in}$  よりも  $50^\circ\text{C}$  より高くないように圧延することを特徴とする前記の温間制御圧延方法を提供する。

この出願の発明は、第3には、圧延温度範囲が  $350^\circ\text{C} - 800^\circ\text{C}$  の温度域で、圧延を行う連続する2パス以上の圧延において、圧延開始時の材料温度に対し、2パス直後の素材温度が  $100^\circ\text{C}$  より高くなり、 $100^\circ\text{C}$  より低くないように圧延を行うことを特徴とする前記の温間制御圧延方法を提供し、第4には、圧延開始時の材料温度に対し、2パス直後の素材温度が  $50^\circ\text{C}$  より高くないように圧延を行うことを特徴とする温間制御圧延方法を提供する。

そして、この出願の発明は、第5には、圧延温度範囲が  $400^\circ\text{C} - 500^\circ\text{C}$  の温度域で圧延を行うことを特徴とする温間制御圧延方法を、第6には、 $Z \geq 12$  以上であって、平均フェライト粒径  $1\mu\text{m}$  以下の組織を主体とする鋼を製造することを特徴とする温間制御圧延方法を、第7には、連続して行う多パス圧延において、 $X$ パス目直後の圧延温度  $T_{x-out}$  が圧延設定温度  $T_s$  よりも高くなった場合、 $X+1$ パス目の圧延入り温度  $T_{x+1-in}$  が  $T_s + 20 \geq T_{x+1-in}$  になるまで待ってから圧延を行うことを特徴とする温間制御圧延方法を、第8には、多パス圧延の  $X$ パス目の加工発熱  $T_{xH}$  をあらかじめ測定し、圧延設定温度を  $T_{xs}$  としたとき、圧延入り

温度  $T_{X-in}$  を  $T_{xs} \geq T_{X-in} \geq T_{xs} - T_{x-H}$  とすることを特徴とする温間制御圧延方法を提供する。

さらにこの出願の発明は、第 9 には、連続圧延における全減面率が 50% 以上であることを特徴とする温間制御圧延方法を提供し、第 10 には、塑性ひずみ、または減面率を真ひずみに換算したひずみが 1.5 以上であることを特徴とする温間制御圧延方法を、第 11 には、多方向加工によってひずみを導入することを特徴とする温間制御圧延方法を、第 12 には、圧延速度と各パス圧下率を設定することにより、圧延前後の温度範囲を制御することを特徴とする温間制御圧延方法を、第 13 には、連続圧延において、素材の温度低下を補うために、圧延の途中で再加熱工程を設け、また、素材の温度上昇を押さえるために、圧延の途中で冷却工程を設けることを特徴とする温間制御圧延方法を提供する。

この出願の発明においては、以上の構成によって、発明者らの提案に係わる前記のとおり  $Z$  パラメータによる制御とする新しい方法を連続圧延プロセスに適用することができ、パス間時間やひずみ速度の制限もなく、3 ミクロンから 1 ミクロン以下の超微細結晶鋼を安定的に製造できる方法として、加工発熱を考慮した、新しい制御圧延方法を実現している。

#### 図面の簡単な説明

図 1 は、式 (1) についての、パラメータ  $Z$  とフェライト平均粒径との関係を示した図である。

図 2 は、各パスの溝ロールの孔型形状を例示した正面図とその寸法である。

図 3 は、実施例 1 における組織の SEM 像である。

図 4 は、実施例 2 における組織の SEM 像である。

図 5 は、実施例 3 における組織の SEM 像である。

図 6 は、実施例 4 における組織の SEM 像である。



図 7 は、比較例における組織の S E M 像である。

#### 発明を実施するための最良の形態

この出願の発明は上記のとおりの特徴をもつものであるが、以下にその実施の形態について説明する。

この出願の発明の方法においては、平均フェライト粒径が  $3\ \mu\text{m}$  以下の微細フェライト粒組織を主体とする、すなわち、断面の表面積でその 60% 以上の割合が平均フェライト粒径が  $3\ \mu\text{m}$  以下の微細粒組織を有する鋼を製造するために、

##### <A>前記の式 (1)

で表される圧延条件パラメータ  $Z$  が 11 以上 (圧延直前の組織がフェライト、ベイナイト、マルテンサイト、パーライトなど鉄の結晶構造が bcc である場合) あるいは 20 以上 (圧延直前の組織がオーステナイトで Fe の結晶構造が fcc である場合) に従う範囲で、

<B>圧延温度範囲が  $350^{\circ}\text{C} - 800^{\circ}\text{C}$  の温度域で、圧延を行う 1 パス以上の圧延において、各圧延時の圧延開始時の材料温度が、最高温度で  $800^{\circ}\text{C}$  より高くならず、圧延中および最終パス直後の素材温度が  $350^{\circ}\text{C}$  以下にならないように圧延を行うとともに、各圧延時の圧延直後 (1 秒以内) の温度  $T_{x-out}$  が圧延入温度  $T_{x-in}$  よりも  $100^{\circ}\text{C}$  より高くならず、圧延直後の素材が、圧延直前温度よりも  $100^{\circ}\text{C}$  より低くならないように圧延を行うことを基本としている。

発明者らのこれまでの検討によって、式 (1) のパラメータ  $Z$  は、簡便に平均粒径の超微細な結晶組織を得るための指標となるものであって、すでに特願 2002-54670 号の出願として提案しているものである。発明者らのこれまでの研究により、温間強加工によって形成される超微細粒の平均粒径は、加工温度と歪速度に依存することが明らかになり、結晶粒径は、加工温度と歪速度の関数である圧延条件パラメータ  $Z$  の増加にともなって微細化する。平均粒径  $1\ \mu\text{m}$  以下の組織を得る

には、圧延条件パラメータ  $Z$  をある臨界値以上にする必要がある。小型試料を用いた 1 パス大歪圧縮加工による実験の結果、その臨界値は  $b c c$  構造の鉄（フェライト、ペイナイト、マルテンサイト、パーライト等）の場合はおよそ 11、 $f c c$  構造（オーステナイト）の場合はおよそ 20 になることが確認されている（図 1）。

ここで、式（1）で用いられているひずみは、工業的に簡便なひずみである真ひずみ  $e$  でよい。たとえば、棒鋼の初期面積を  $S_0$ 、圧延後の  $C$  断面面積を  $S$  とすると、減面率  $R$  は

$$R = (S_0 - S) / S_0 \quad (2)$$

で表される。すると、真ひずみ  $e$

$$e = -\ln(1 - R)$$

で表される。また、真ひずみに代わり、有限要素法計算で得られる塑性ひずみを用いてもよい。塑性ひずみの計算については、参考文献（井上ら、鉄と鋼, 68 (2000) 793. 春海佳三郎、他「有限要素法入門」（共立出版（株）：1990年3月15日）に詳しい。

より具体的には、塑性ひずみの計算は、次の表 1 のフローチャートによって行うことができる。

## 表 1

## 塑性ひずみ計算のフロー

- 1 材料の加工温度に対応した応力ひずみ曲線を取得
- 2 有限要素法計算のための準備
  - (1) 被加工物にメッシュを作成する
  - (2) 接触条件を決める 摩擦係数=0.3 クーロン条件
  - (3) 応力ひずみ曲線、材料物性値を決める
- 3 (1) - (3) の条件をもとに汎用有限要素法コード、例えば、ABAQUS で計算を行う。  
塑性ひずみ  $\varepsilon$  は以下の式で表され、各ひずみ増分は、汎用有限要素法コードによって計算される。

$$\varepsilon = \frac{2}{3} \sqrt{\left[ \frac{1}{2} \{ (d\varepsilon_x - d\varepsilon_y)^2 + (d\varepsilon_y - d\varepsilon_z)^2 + (d\varepsilon_z - d\varepsilon_x)^2 \} + \frac{3}{4} (d\gamma_{xy}^2 + d\gamma_{yz}^2 + d\gamma_{zx}^2) \right]}$$

$d\varepsilon_x, d\varepsilon_y, d\varepsilon_z$ :  $x, y, z$  のひずみ増分

$d\gamma_{xy}, d\gamma_{yz}, d\gamma_{zx}$ : せん断ひずみ増分

この出願の発明の温間制御圧延方法では、以上のことから、前記＜A＞のとおり、パラメータ  $Z$  が 1 以上（b c c 構造）または 2 以上（f c c 構造）となるように圧延の条件が設定される。

そして、さらに重要なことは、この出願の発明の温間制御圧延方法においては、前記＜B＞のとおりの特徴のある温度コントロールが行われることである。

温間加工により大きな歪を導入することによって生じたミクロな局所方位差が超微細結晶粒の起源となり、加工中あるいは加工後に起きる回復過程において、粒内の転位密度が低下すると同時に結晶粒界が形作られて超微細粒組織が形成される。温度が低いと回復が十分でないため、転位密度の高い加工組織が残存する。温度が高すぎると不連続再結晶あるいは通常の粒成長により結晶粒が粗大化して  $3 \mu\text{m}$  以下の超微細粒組織は得られない。それゆえに、この出願の発明では、圧延温度は  $350^\circ\text{C} \sim 800^\circ\text{C}$  に限定される。

そして、各圧延時の圧延直後（１秒以内）の温度 $T_{x-out}$ が圧延入温度 $T_{x-in}$ よりも１００℃より高くならず、圧延直後の素材が、圧延直前温度よりも１００℃より低くならないように圧延を行う。

この温度コントロールもこの出願の発明において必須である。実際、このようなコントロールが行われない場合には、仮にパラメータ $Z$ が前記範囲のものであっても、粒径３ $\mu\text{m}$ 以下で、所定の結晶粒径に制御することが難しくなる。

$T_{x-out}$ は、 $T_{x-in}$ よりも１００℃より高くないようにするが、この場合、より望ましくは５０℃より高くないようにする。さらにまた圧延を行う連続する２パス以上の圧延において、圧延開始時の材料温度に対し、２パス直後の素材温度が１００℃より、望ましくは５０℃より高くならず、１００℃より低くならないように圧延を行うことも好適に考慮される。

平均フェライト粒径が１ $\mu\text{m}$ 以下の超微細粒の組織を得る場合には、前記＜Ａ＞についてパラメータ $Z$ が１２以上であって、前記＜Ｂ＞について４００～５００℃の範囲とすることが望ましく考慮される。

そしてまたこの出願の発明では、前記のとおり、連続して行う多パス圧延においては、 $x$ パス回直後の圧延温度 $T_{x-out}$ が圧延設定温度 $T_s$ よりも高くなった場合には、 $x+1$ パス目の圧延入り温度 $T_{x+1-in}$ が、 $T_{s+20} \geq T_{x+1-in}$ になるまで待ってから圧延を行うことや、 $x$ パス目の加工発熱 $T_{xH}$ をあらかじめ測定し、圧延設定温度を $T_{xs}$ としたとき、圧延入り温度 $T_{xs} \geq T_{x-in} \geq T_{xs} - T_{xH}$ とすることも望ましい。

温度コントロールには、以上のように、温度の変化を待ってもよいし、あるいは、連続圧延においては、素材の温度低下を補うために、圧延の途中で再加熱すること、そして素材の温度上昇を抑えるために、圧延の途中で強制冷却するようにしてもよい。

なお、この出願の発明における温度については、素材の表面温度を示している。

この出願の発明においては、総累積圧下歪については、温間加工により扁平化した加工粒から超微細結晶粒が生成し、歪の増加にともなってそれが増加するが、ほぼ全体が超微細結晶粒からなる組織を得るには、少なくとも1.5の歪とすること、さらには2以上の歪とすることが望ましい。

この場合の歪は、塑性ひずみか減面率を真ひずみ換算した値であってよい。圧延のための手段は、ロール等の各種のものであってよく、上記のような棒鋼の場合には、溝ロールによる圧延が行われてよい。

この出願の発明においては、相変態による高強度化の機構を全く利用せず、強度を高めるための合金元素の添加を必要としないために鋼の組成が制限されることがなく、たとえば、フェライト単相鋼や、オーステナイト単相鋼等のような相変態の存在しない鋼種等の、広い成分範囲の鋼材を用いることができる。より具体的には、たとえば、組成が、重量%で、

C : 0.001%以上1.2%以下、

Si : 0.1%以上2%以下、

Mn : 0.1%以上3%以下、

P : 0.2%以下、

S : 0.2%以下、

Al : 1.0%以下、

N : 0.02%以下、

Cr, Mo, Cu, Niが合計で30%以下、

Nb, Ti, Vが合計で0.5%以下、

B : 0.01以下、

残部Feおよび不可避免的不純物といった、合金元素が添加されていない組成のものを1つの例として示すことができる。もちろん、上記のCr, Mo, Cu, Ni, Nb, Ti, V, B等の合金元素は、必要に応じて上記の範囲を超えて添加することも可能であるし、逆に全く含まれ

ていなくてもよい。

そこで以下に実施例を示し、さらに詳しく説明する。もちろん、以下の例によって発明が限定されることはない。

## 実施例

表 2 は以下の例における素材の化学組成（残部 F e）を示したものである。

また、以下の例では冷却は空冷である。

表 2

(mass%)

鋼種	C	Si	Mn	P	S	N	s. Al
a	0.15	0.3	1.5	0.01	0.001	0.001	0.03
b	0.10	0.3	1.5	0.01	0.001	0.001	0.03
c	0.05	0.3	1.5	0.01	0.001	0.001	0.03

そして、以下に示す表 3～6 において、パス No. の右欄が空白になっている箇所は、いわゆる「とも通し」をしていること、つまり同じ孔型を 2 回押し通していることを示し、このため、減面率は 2 パス目に記載されている。

また、パラメータ Z については、ひずみが一定以上加わったところで計算しないと意味がないので、最後部のパスで計算している。t = 総時間、T = 出の平均温度、 $\varepsilon$  = 総ひずみである。

### <実施例 1>

表 2 a に示す組成を有する 80×80×600 mm の素材を加熱温度 500℃ に加熱し、圧延設定温度 T1（499℃）で孔型圧延を行い、断面が 24×24 mm になるまで、減面率で 91%（真ひずみ 2.4）の 21 パスの圧延を行った。総圧延時間を 600 s かかるとしたときの設定 Z 値は 15.0 であった。図 1 からフェライト粒径は 0.4 ミクロンと

## 予想される

各パスの孔型形状を図2に、圧下率、前後の温度変化を表3示す。偶数パス後の圧延直後温度（出温度） $T_{x-out}$ を測定し、出温度が500℃を下回った場合は、直ちに次パスの圧延を行い、500℃を越えた場合は、材料温度が499℃以下になるまで待って、次パス（奇数パス）の圧延を行った。奇数パスの入り温度は特に制御していない。その結果、入り温度 $T_{x-in}$ は455－499℃（平均495℃）、出温度 $T_{x-out}$ で472－543℃（平均520℃）で圧延が行われた。したがって、連続する2パスの圧延における最大加工発熱で40℃あったものの、圧延待ちを行うことによって、圧延設定温度である499℃を全圧延工程で550℃上回ることはなかった。すなわち、各パスごとに加工発熱が生じたが、設定温度を50℃を上回ることはない。総圧延時間895sと、平均出温度でZ値を再計算してみると、 $Z=14.2$ であった。計算フェライト粒径は、0.45ミクロンである。

得られた棒鋼のC断面組織写真を図3に示す。超微細な等軸フェライト＋セメンタイト組織となっている。平均フェライト粒径は0.6ミクロンであった。その力学的性質を表7に示すが、788MPaの優れた引張強さを持った棒鋼が得られた。

表 3

パスNo.	減面率 (%)	総減面率 (%)	総ひずみ	パス間時間 (s)	圧延待ち	入り温度Tx-in (°C)	出温度Tx-out (°C)	孔型	Z値
1				0		455	472	#1	
2	2.5	2.5	0.03	27		472		#1	
3				5			495	#2	
4	21.5	23.4	0.27	19		495		#2	
5				7			530	#3	
6	21.6	39.9	0.51	132	待ち	499		#3	
7				8			533	#4	
8	18.4	51.0	0.71	92	待ち	499		#4	
9				5			538	#5	
10	20.3	60.9	0.94	115	待ち	499		#5	
11				5			534	#6	
12	19.0	68.4	1.15	103	待ち	499		#6	
13	17.0	73.7	1.34	5			528	#7	
14	18.6	78.6	1.54	72	待ち	499		#8	
15	15.6	81.9	1.71	10			543	#9	
16	16.9	85.0	1.90	90	待ち	499		#10	
17	12.5	86.9	2.03	11			534	#11	
18	6.8	87.8	2.10	88	待ち	496		#12	
19	13.8	89.4	2.25	9			517	#13	
20				49	待ち	498		#14	
21	14.8	91.0	2.41	7			501	#14	14.2
22	38.0			123	待ち	450	514	#15	
23	18.0	94.9	2.98	130	待ち	464	537	#16	14.1



### ＜実施例 2＞

実施例 1 に引き続き、さらに、2 パスの圧延を行い、 $17 \times 17$  mm にした。孔型形状はオーバルと角型である。ともに変形が大きいので、あらかじめ予備実験によって、加工発熱を計測した。その結果、2 パスを連続でおこなうと、 $80^{\circ}\text{C}$  材料温度が上昇することがわかった。したがって、22、23 パスの入り温度  $T_{22-in}$ 、 $T_{23-in}$  を  $450^{\circ}\text{C}$  に設定した。21 パス目の温度が  $501^{\circ}\text{C}$  であったから、 $450^{\circ}\text{C}$  まで材料温度が下がることをまって22 パス目の圧延を行った。23 パスの出温度は  $514^{\circ}\text{C}$  であった。また、23 パスでは  $464^{\circ}\text{C}$  まで下がってから圧延を行い、出温度は  $537^{\circ}\text{C}$  であった（表 2）。総圧延時間  $1112$  s、4.1 であった。

得られた組織写真を図 4 に示す。超微細な等軸フェライト＋セメンタイト組織となっている。平均フェライト粒径は  $0.5$  ミクロンであった。その力学的性質を表 7 に示すが、 $830$  MPa の優れた引張強さを持った棒鋼が得られた。

### ＜実施例 3＞

表 2b に示す組成を有する  $80 \times 80 \times 600$  mm の素材を加熱温度  $900^{\circ}\text{C}$  に加熱し、組織を一度オーステナイト化下後、圧延設定温度  $T_1$  ( $550^{\circ}\text{C}$ ) まで材料温度を下げ、組織をフェライト＋パーライトにして、孔型圧延を行い、断面が  $24 \times 24$  mm になるまで、減面率で  $91\%$  (真ひずみ  $2.4$ ) の  $20$  パスの圧延を行った。総圧延時間を  $600$  s かるとしたときの設定  $Z$  値は  $13.7$  であった。図 1 からフェライト粒径は  $0.6$  ミクロンと予想された。

各パスの孔型形状、圧下率、前後の温度変化を表 4 示す。偶数パス後の圧延直後温度（で温度） $T_{x-out}$  を測定し、出温度が  $550^{\circ}\text{C}$  を下回った場合は、直ちに次パスの圧延を行い、 $550^{\circ}\text{C}$  を越えた場合は、材料温度が  $570^{\circ}\text{C}$  以下になるまで待って、次パス（奇数パス）の圧延を行った。奇数パスの入り温度は特に制御していない。その結果、入り温度  $T_{x-in}$

は  $440 - 557^{\circ}\text{C}$  (平均  $551^{\circ}\text{C}$ )、出温度  $T_{x-out}$  で  $536 - 573^{\circ}\text{C}$  (平均  $551^{\circ}\text{C}$ ) で圧延が行われた。したがって、連続する2パスの圧延における最大加工発熱で  $23^{\circ}\text{C}$  あったものの、圧延待ちを行うことによって、圧延設定温度である  $550^{\circ}\text{C}$  を全圧延工程で  $600^{\circ}\text{C}$  を越えることはなかった。すなわち、各パスごとに加工発熱が生じるが、設定温度を  $50^{\circ}\text{C}$  を上回ることはない。総圧延時間  $582\text{ s}$  と、平均出温度で  $Z$  値を再計算してみると、 $Z = 13.5$  であった。

得られた組織写真を図5に示す。超微細な等軸フェライト+セメンタイト組織となっている。平均フェライト粒径は  $0.9\text{ }\mu\text{m}$  であった。その力学的性質を表7に示すが、 $702\text{ MPa}$  の優れた引張強さを持った棒鋼が得られた。

表 4

パスNo.	減面率 (%)	総減面率 (%)	総ひずみ	パス間時間 (s)	圧延待ち	入り温度 (°C)	出温度 (°C)	孔型	Z値
1	2.5	2.5	0.03	0		550		#1	
2				6			548	#2	
3	21.5	23.4	0.27	27		545		#2	
4				11			573	#3	
5	21.6	39.9	0.51	66	待ち	550		#3	
6				4			573	#4	
7	18.4	51.0	0.71	68	待ち	557		#4	
8				11			571	#5	
9	20.3	60.9	0.94	61	待ち	556		#5	
10				17			573	#6	
11	19.0	68.4	1.15	59	待ち	557		#6	
12	17.0	73.7	1.34	18			561	#7	
13	18.6	78.6	1.54	56	待ち	552		#8	
14	15.6	81.9	1.71	20			567	#9	
15	16.9	85.0	1.90	25	待ち	553		#10	
16	12.5	86.9	2.03	15			567	#11	
17	6.8	87.8	2.10	57	待ち	550		#12	
18	13.8	89.4	2.25	25			545	#13	
19				22		540		#14	
20	14.8	91.0	2.41	14			536	#14	13.5
21	38.0			65	待ち	500	568	#15	
22	18.0	94.9	2.98	15		550	599	#16	13.5

#### <実施例 4>

実施例 3 に引き続き、さらに、2 パスの圧延を行い、 $17 \times 17$  mm にした。孔型形状はオーバルと角型である。ともに変形が大きいので、あらかじめ予備実験によって、加工発熱を計測した。その結果、2 パスを連続でおこなうと、 $80^\circ\text{C}$  材料温度が上昇することがわかった。したがって、21、22 パスの入り温度  $T_{22-in}$ 、 $T_{23-in}$  を  $500^\circ\text{C}$  に設定した。20 パス目の温度が  $536^\circ\text{C}$  であったから、 $500^\circ\text{C}$  まで材料温度が下がることをまって21パス目の圧延を行った。21パスの出温度は  $568^\circ\text{C}$  であった。また、22パスでは  $55.0^\circ\text{C}$  まで下がってから圧延を行い、出温度は  $599^\circ\text{C}$  であった。総圧延時間  $662$  s、平均出温度  $565^\circ\text{C}$  で、 $Z = 13.6$  であった。

得られた組織写真を図 6 に示す。超微細な等軸フェライト+セメンタイト組織となっている。平均フェライト粒径は  $1.1$  ミクロンであった。その力学的性質を表 7 に示すが、 $712$  MPa の優れた引張強さを持った棒鋼が得られた。

#### <実施例 5>

表 2c に示す組成を有する  $80 \times 80 \times 600$  mm の素材を加熱温度  $600^\circ\text{C}$  に加熱し、圧延設定温度  $T_1$  ( $600^\circ\text{C}$ ) で孔型圧延を行い、断面が  $17 \times 17$  mm になるまで、減面率で  $95\%$  (真ひずみ  $3.0$ ) の21パスの圧延を行った。総圧延時間を  $300$  s かかるとしたときの設定  $Z$  値は  $13.1$  であった。図 1 からフェライト粒径は  $0.8$  ミクロンと予想される。

偶数パス後の圧延直後温度 (出温度)  $T_{x-out}$  を測定し、出温度が  $600^\circ\text{C}$  を下回った場合は、直ちに次パスの圧延を行い、 $600^\circ\text{C}$  を越えた場合は、材料温度が  $600^\circ\text{C}$  以下になるまで待って、次パス (奇数パス) の圧延を行った。奇数パスの入り温度は特に制御していない。その結果、入り温度  $T_{x-in}$  は  $580 - 619^\circ\text{C}$  (平均  $590^\circ\text{C}$ )、出温度  $T_{x-out}$  で  $610 - 648^\circ\text{C}$  (平均  $630^\circ\text{C}$ ) で圧延が行われた。したがって、連続す

る 2 パスの圧延における最大加工発熱で 40℃あったものの、圧延待ちを行うことによって、圧延設定温度である 600℃に対し、全圧延工程で 650℃上回ることはなかった。すなわち、各パスごとに加工発熱が生じるが、設定温度を 50℃を上回ることはない。総圧延 800 s と、平均出温度で Z 値を再計算してみると、 $Z = 12.2$  であった。得られた組織は超微細な等軸フェライト＋セメンタイト組織となっている。平均フェライト粒径は 1.4 ミクロンであった。その力学的性質を表 7 に示すが、640 MPa の優れた引張強さを持った棒鋼が得られた。

#### <実施例 6>

表 2a に示す組成を有する 80×80×600 mm の素材を加熱温度 500℃に加熱し、圧延設定温度  $T_1$  (475℃) で孔型圧延を行い、断面が 17×17 mm になるまで、減面率で 95% (真ひずみ 3.0) の 21 パスの圧延を行った。偶数パス後の圧延直後温度 (出温度)  $T_{x-out}$  を測定し、出温度が 475℃を下回った場合は、直ちに次パスの圧延を行い、500℃を越えないよう材料温度が 475℃以下になるまで待つて、次パス (奇数パス) の圧延を行った (表 5)。奇数パスの入り温度は特に制御していない。その結果、入り温度  $T_{x-in}$  は 440–485℃ (平均 465℃)、出温度  $T_{x-out}$  で 472–499℃ (平均 496℃) で圧延が行われた。各パスごとに加工発熱が生じるが、設定温度を 50℃を上回ることはない。総圧延 1128 s と、平均出温度で Z 値を再計算してみると、 $Z = 14.7$  であった。得られた組織は超微細な等軸フェライト＋セメンタイト組織となっている。平均フェライト粒径は 0.45 ミクロンであった。引張強さ 950 MPa であった。

表 5

パスNo.	減面率 (%)	総減面率 (%)	総ひずみ	パス間時間 (s)	圧延待ち (s)	温度Tx-1 (°C)	温度Tx-0 (°C)	孔型	Z値
1				0		455	472	#1	
2	2.5	2.5	0.03	27		472		#1	
3				5			495	#2	
4	21.5	23.4	0.27	50	待ち	475		#2	
5				7			499	#3	
6	21.6	39.9	0.51	130	待ち	475		#3	
7				8			499	#4	
8	18.4	51.0	0.71	90	待ち	470		#4	
9				5			498	#5	
10	20.3	60.9	0.94	116	待ち	475		#5	
11				5			498	#6	
12	19.0	68.4	1.15	100	待ち	475		#6	
13	17.0	73.7	1.34	5			499	#7	
14	18.6	78.6	1.54	70	待ち	475		#8	
15	15.6	81.9	1.71	10			497	#9	
16	16.9	85.0	1.90	91	待ち	470		#10	
17	12.5	86.9	2.03	11			498	#11	
18	6.8	87.8	2.10	85	待ち	470		#12	
19	13.8	89.4	2.25	9			495	#13	
20				41	待ち	480		#14	
21	14.8	91.0	2.41	7			499	#14	
22	38.0			125	待ち	440	498	#15	
23	18.0	94.9	2.98	131	待ち	440	495	#16	14.7

### ＜比較例 1＞

表 2 に示す組成を有する  $80 \times 80 \times 600$  mm の素材を加熱温度  $550^{\circ}\text{C}$  に加熱し、圧延設定温度  $T_1$  ( $550^{\circ}\text{C}$ ) で孔型圧延を開始し、断面が  $24 \times 24$  mm になるまで、減面率で  $91\%$  (真ひずみ  $2.4$ ) の  $21$  パスの圧延を行った。パス間時間は  $15$  s とした。

特に温度制御を行わず、圧延を行った結果を表 6 に示す。各パスごと生じる加工発熱が蓄積し、最終的な材料温度は  $800^{\circ}\text{C}$  以上にまで上がった。最終出温度で  $Z$  値を再計算してみると、 $Z = 10.1$  であった。平均温度の場合は  $11.9$  である。得られた組織写真を図 7 に示す。フェライト+セメンタイト組織となっているものの、平均フェライト粒径は  $4$  ミクロンであった。平均温度から予想されるよりも、大きなフェライト粒径となっていた。

表 6

パスNo.	減面率 (%)	総減面率 (%)	総ひずみ (s)	圧延待ち (s)	入り温度 (°C)	出温度 (°C)	孔型	Z値
1				0	550	552	#1	
2	2.5	2.5	0.03	10	549		#1	
3				10		574	#2	
4	21.5	23.4	0.27	10	571		#2	
5				10		594	#3	
6	21.6	39.9	0.51	10	591		#3	
7				10		619	#4	
8	18.4	51.0	0.71	10	616		#4	
9				10		639	#5	
10	20.3	60.9	0.94	10	636		#5	
11				10		664	#6	
12	19.0	68.4	1.15	10	661		#6	
13	17.0	73.7	1.34	10		684	#7	
14	18.6	78.6	1.54	10	681		#8	
15	15.6	81.9	1.71	10		709	#9	
16	16.9	85.0	1.90	10	706		#10	
17	12.5	86.9	2.03	10		729	#11	
18	6.8	87.8	2.10	10	726		#12	
19	13.8	89.4	2.25	10		754	#13	
20				10	751		#14	
21	14.8	91.0	2.41	10		774	#14	
22	38.0			10	771	814	#15	
23	18.0	94.9	2.98	10	809	839	#16	11.9



表 7

実施例	フェライト粒径( $\mu\text{m}$ )	降伏強さ(MPa)	引張強さ(MPa)
1	0.6	775	788
2	0.5	825	830
3	0.9	683	702
4	1.1	705	712
5	1.4	600	640
6	0.45	940	950
比較例			
1	3.1	480	560

#### 産業上の利用可能性

以上詳しく説明したとおり、この出願の発明によって、Zパラメータによる制御を行う新しい方法を連続圧延プロセスに適用することができ、パス間時間やひずみ速度の制限もなく、3ミクロンから1ミクロン以下の超微細結晶鋼を安定的に製造できる方法として、加工発熱を考慮した、新しい制御圧延方法が提供される。

## 請求の範囲

1. 平均フェライト粒径が  $3\ \mu\text{m}$  以下の微細フェライト粒組織を主体とする鋼を製造するための圧延方法であって、次式 (1)

$$Z = \log \left[ \frac{\varepsilon}{t} \exp \left( \frac{Q}{8.31(T + 273)} \right) \right] \quad (1)$$

$\varepsilon$  : ひずみ

$t$  : 圧延開始から終了までの時間 (s)

$T$  : 圧延温度 (°C、多パス圧延の場合は各パスの圧延温度を平均したもの)

$Q$  : 圧延直前の組織がフェライト、ベイナイト、マルテンサイト、パーライトを母相とする場合は 254,000 を、オーステナイトを母相とする場合は 300,000 を用いる。

で表される圧延条件パラメータ  $Z$  が 11 以上 (圧延直前の組織がフェライト、ベイナイト、マルテンサイト、パーライトなど  $F e$  の結晶構造が  $b c c$  である場合) あるいは 20 以上 (圧延直前の組織がオーステナイトで  $F e$  の結晶構造が  $f c c$  である場合) に従う範囲で、圧延温度範囲が  $350^{\circ}\text{C} - 800^{\circ}\text{C}$  の温度域で、圧延を行う 1 パス以上の圧延において、各圧延時の圧延開始時の材料温度が、最高温度で  $800^{\circ}\text{C}$  より高くなり、圧延中および最終パス直後 (1 秒以内) の素材温度が  $350^{\circ}\text{C}$  以下にならないように圧延を行うとともに、各圧延時の圧延直後 (1 秒以内) の温度  $T_{x-out}$  が圧延入温度  $T_{x-in}$  よりも  $100^{\circ}\text{C}$  より高くなり、圧延直後 (1 秒以内) の素材が、圧延直前温度よりも  $100^{\circ}\text{C}$  より低くならないように圧延を行うことを特徴とする温間制御圧延方法。

2. 各圧延時の圧延直後の温度  $T_{x-out}$  が圧延入温度  $T_{x-in}$  よりも  $50^{\circ}\text{C}$  より高くなり、圧延することを特徴とする請求項 1 の温間制御圧延方法。

3. 圧延温度範囲が  $350^{\circ}\text{C} - 800^{\circ}\text{C}$  の温度域で、圧延を行う連続する 2 パス以上の圧延において、圧延開始時の材料温度に対し、2 パス直後の素材温度が  $100^{\circ}\text{C}$  より高くなり、 $100^{\circ}\text{C}$  より低くならない

ように圧延を行うことを特徴とする請求項 1 の温間制御圧延方法。

4. 圧延開始時の材料温度に対し、2 パス直後の素材温度が  $50^{\circ}\text{C}$  より高くなならないように圧延を行うことを特徴とする請求項 3 の温間制御圧延方法。

5. 圧延温度範囲が  $400^{\circ}\text{C} - 500^{\circ}\text{C}$  の温度域で圧延を行うことを特徴とする請求項 1 ないし 4 のいずれかの温間制御圧延方法。

6.  $Z$  が 12 以上であって、平均フェライト粒径  $1\ \mu\text{m}$  以下の組織を主体とする鋼を製造することを特徴とする請求項 1 ないし 5 のいずれかの温間制御圧延方法。

7. 連続して行う多パス圧延において、 $X$  パス目直後の圧延温度  $T_{x-out}$  が圧延設定温度  $T_s$  よりも高くなった場合、 $X+1$  パス目の圧延入り温度  $T_{x+1-in}$  が  $T_s + 20 \geq T_{x+1-in}$  になるまで待ってから圧延を行うことを特徴とする請求項 1 ないし 6 のいずれかの温間制御圧延方法。

8. 多パス圧延の  $X$  パス目の加工発熱  $T_{xH}$  をあらかじめ測定し、圧延設定温度を  $T_{XS}$  としたとき、圧延入り温度  $T_{x-in}$  を  $T_{xs} \geq T_{x-in} \geq T_{xs} - T_{xH}$  とすることを特徴とする請求項 1 ないし 7 のいずれかの温間制御圧延方法。

9. 連続圧延における全減面率が  $50\%$  以上であることを特徴とする請求項 1 ないし 8 のいずれかの温間制御圧延方法。

10. 塑性ひずみ、または減面率を真ひずみに換算したひずみが 1.5 以上であることを特徴とする請求項 1 ないし 9 のいずれかの温間制御圧延方法。

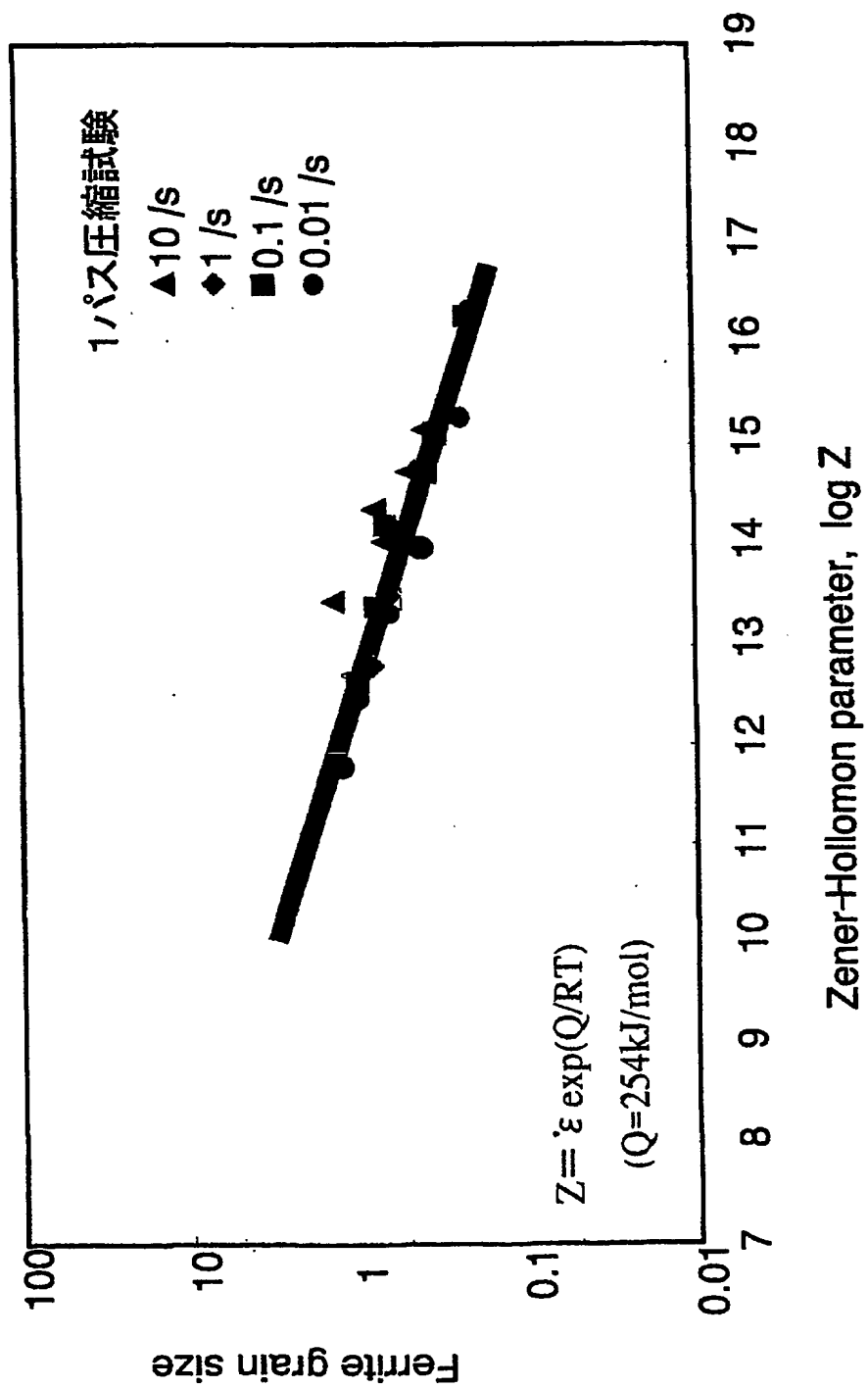
11. 多方向加工によってひずみを導入することを特徴とする請求項 1 ないし 10 のいずれかの温間制御圧延方法。

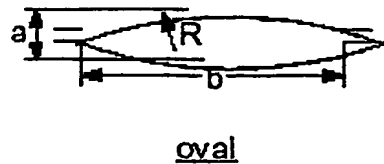
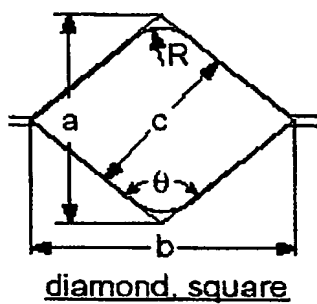
12. 圧延速度と各パス圧下率を設定することにより、圧延前後の温度範囲を制御することを特徴とする請求項 1 ないし 11 のいずれかの温間制御圧延方法。

13. 連続圧延において、素材の温度低下を補うために、圧延の途中

で再加熱工程を設け、また、素材の温度上昇を押さえるために、圧延の途中に冷却工程を設けることを特徴とする請求項 1 ないし 12 のいずれかの温間制御圧延方法。  
法を提供する。

図 1




 2


		a(mm)	b(mm)	c(mm)	$\theta$ (deg)	R(mm)
#1	diamond	103	123	79	100	18
#2	diamond	92	109	70	100	17
#3	diamond	81	97	62	100	16
#4	diamond	73	86	56	99	14
#5	diamond	65	76	50	99	12
#6	diamond	59	68	45	99	11
#7	diamond	54	62	41	98	11
#8	diamond	54	62	41	98	9.5
#9	diamond	50	56	37	97	8
#10	diamond	46	51	34	97	7
#11	diamond	42	47	31	96	6
#12	diamond	39	44	29	96	5.5
#13	diamond	38	40	28	94	5.5
#14	diamond	34	36	24	94	5.5
#15	oval	11	52	-	-	64
#16	square	24	24	17	90	2.5

図 3

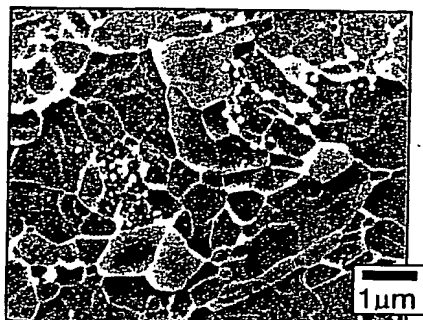
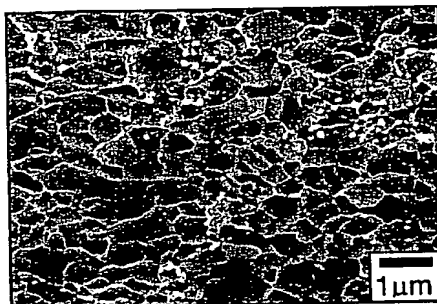


図 4





☒ 5

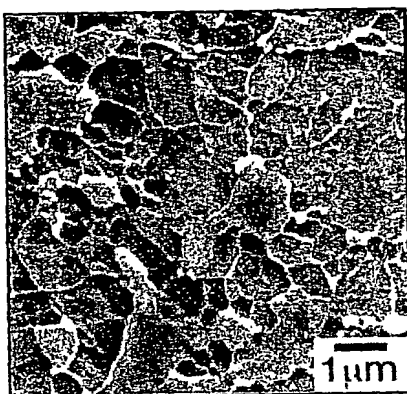


図 6

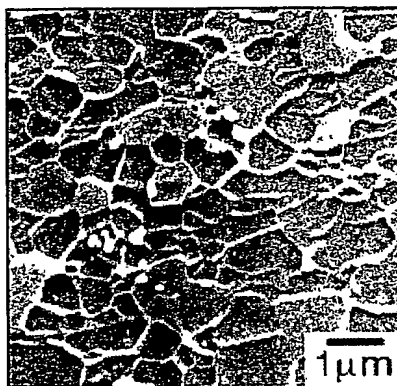


図 7



# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2004/007278

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl<sup>7</sup> C21D8/06

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl<sup>7</sup> C21D8/00-8/10, B21B1/00-3/02

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2004
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2004	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2004

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

JICST

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2000-309850 A (Director General of National Research Institute for Science and Technology Agency), 07 November, 2000 (07.11.00), Claims; column 3, lines 7 to 23; table 1; column 7, lines 1 to 8 (Family: none)	1-13
A	JP 2002-137002 A (Daido Steel Co., Ltd.), 14 May, 2002 (14.05.02), Column 1, lines 22 to 35 (Family: none)	1-13

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

\* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"I" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search  
20 August, 2004 (20.08.04)

Date of mailing of the international search report  
07 September, 2004 (07.09.04)

Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2004/007278

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2002-192201 A (Independent Administrative Institution National Institute for Materials Science), 10 July, 2002 (10.07.02), Column 1, lines 35 to 45; column 4, line 45 to column 5, line 1; column 5, lines 33 to 47 (Family: none)	1-13
P,A	JP 2003-253332 A (Independent Administrative Institution National Institute for Materials Science), 10 September, 2003 (10.09.03), Claims (Family: none)	1-13
P,A	OMORI et al., "Onkan Ta-Pass-Ko Roll Atsuen ni Yoru Chobisai Ferrite Soshikiko no Sosei", Tetsu to Hagane, 01 July, 2003 (01.07.03), Vol.89, No.7, pages 781 to 788	1-13
A	JP 2000-309823 A (Nippon Steel Corp.), 07 November, 2000 (07.11.00), Claims (Family: none)	1-13
A	AKIO OHMORI et al., "Mechanical Properties of Warm Rolled Steel Plates with Ultrafine-grained Ferrite and Cementite Structures", Current advances in materials and processes, 2001, Vol.14, page 1050	1-13

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

International application No.

PCT/JP2004/007278

**<Object of Search>**

Claims 1-13 involve any rolling method. However, it is only a rolling by a steel bar groove roll as described in the specification that is disclosed in the meaning of PCT Article 5. Even if common general technical knowledge is taken into account in the application, the any rolling method is inadequately supported in the meaning of PCT Article 6.

Accordingly, the search was performed in a scope adequately supported by and disclosed in the specification, i.e., on the rolling by the steel bar groove roll specifically described in the specification.

## A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl<sup>7</sup> C21D8/06

## B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl<sup>7</sup> C21D8/00-8/10, B21B1/00-3/02

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1922-1996年  
 日本国公開実用新案公報 1971-2004年  
 日本国登録実用新案公報 1994-2004年  
 日本国実用新案登録公報 1996-2004年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

JICST

## C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	JP 2000-309850 A(科学技術庁金属材料研究所長) 2000. 11. 07 特許請求の範囲 第3欄第7-23行 表1 第7欄第1-8行(ファミリーなし)	1-13
A	JP 2002-137002 A(大同特殊鋼株式会社) 2002. 05. 14 第1欄第22-35行(ファミリーなし)	1-13
A	JP 2002-192201 A(独立行政法人物質・材料研究機構) 2002. 07. 10 第1欄第35-45行 第4欄第45行~第5欄第1行 第5欄第33-47行(ファミリーなし)	1-13
P, A	JP 2003-253332 A(独立行政法人物質・材料研究機構) 2003. 09. 10 特許請求の範囲(ファミリーなし)	1-13
P, A	大森ら"温間多パス溝ロール圧延による超微細フェライト組織鋼の	1-13

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

## \* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの  
 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの  
 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)  
 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献  
 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの  
 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの  
 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの  
 「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

20. 08. 2004

国際調査報告の発送日

07. 9. 2004

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

小川 武

4K

9270

電話番号 03-3581-1101 内線 3435

## C (続き) . 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	創製” 鉄と鋼 2003. 07. 01 VOL. 89 NO. 7 P. 781-788	1 - 13
A	JP 2000-309823 A (新日本製鐵株式会社) 2000. 11. 07 特許請求の範囲 (ファミリーなし) AKIO OHMORI et. al, "Mechanical Properties of Warm Rolled Steel Plates with Ultrafine-grained Ferrite and Cementite Structures" 材料とプロセス 2001 VOL. 14 P. 1050	1 - 13



<調査の対象について>

クレーム1-13は、任意の圧延方法を包含するものであるが、PCT第5条の意味において開示されているのは、明細書に記載された棒鋼の溝ロールによる圧延のみであり、出願時の技術常識を考慮しても任意の圧延方法については、PCT第6条の意味での裏付けを欠いている。

よって、調査は、明細書に裏付けられ、開示されている範囲、すなわち、明細書で具体的に記載されている棒鋼の溝ロールによる圧延について行った。